

METHOD FOR MANUFACTURING A MODIFIED INCRUSTING PREPARATION FOR SEED PICLES

Patentinumero: PL159474B
Julkaisupäivä: 1992-12-31
Keksljä:
Hakija:
Patenttiluokitus
- kansainvälinen A01N25/10; A01N25/10; (IPC1-7): A01N25/10
- eurooppalainen
Hakemusnumero: PL19890280107 19890615
Etuolkeusnumero(t): PL19890280107 19890615

[Report a data error here](#)**Tiivistelmä PL159474B**

Method for producing modified incrusting preparation for seed dressings based on alkaline hydrolysed poly acrylonitrile or acrylonitrile copolymer, characterised in that lignite ash is added, while constantly mixing, to the aqueous solution of hydrolysed poly acrylonitrile or acrylonitrile copolymer with pH within the range of 6.5-14.0 and the molar ratio of amide to carboxyl groups from 1:1 to 1:4, in volume 10-200% by weight in relation to the polymer mass, containing a complex of calcium, magnesium, iron salts and microelements such as copper, manganese, cobalt or vanadium, or water extract of lignite ash in the amount of 0.1-30% by weight of dry matter in relation to polymer mass, the reaction mass being possibly neutralised with aqueous solution of acid, preferably sulphuric or acetic acid with concentration of 1-20% by weight, before or after lignite ash or lignite ash extract is added until pH=6.5-8.0 mixture is obtained, and then the mass is homogenised at the temperature of 10-100 degrees C, preferably 20-60 degrees C, until homogenous form is obtained.

Tiedot saatu **esp@cenet** tietokannasta - Worldwide

RZECZPOSPOLITA
POLSKA



Urząd Patentowy
Rzeczypospolitej Polskiej

(12) OPIS PATENTOWY (19) PL (11) 159474

(13) B1

(21) Numer zgłoszenia: 280107

(51) IntCl⁵:
A01N 25/10

(22) Data zgłoszenia: 15.06.1989

(54) Sposób wytwarzania modyfikowanego preparatu inkrustującego do zapraw nasiennych

(43) Zgłoszenie ogłoszono:
24.12.1990 BUP 26/90

(45) O udzieleniu patentu ogłoszono:
31.12.1992 WUP 12/92

(73) Uprawniony z patentu:
Instytut Włókien Chemicznych, Łódź, PL
Instytut Warzywnictwa, Skiermiewice, PL

(72) Twórcy wynalazku:
Henryk Struszczyk, Zgierz, PL
Stanisław Kotliński, Skiermiewice, PL
Stanisław Koch, Tomaszów Maz., PL
Jan Jodko-Narkiewicz, Skiermiewice, PL
Teresa Kotlińska, Skiermiewice, PL
Krystyna Wrześniowska-Tosik,
Pabianice, PL
Stefan Połowiński, Łódź, PL

(57) Sposób wytwarzania modyfikowanego preparatu inkrustującego do zapraw nasiennych opartego na alkalicznie hydrolyzowanym poliakrylonitrylu lub kopolimerze akrylonitrylu, znamienny tym, że do wodnego roztworu hydrolyzowanego poliakrylonitrylu lub kopolimeru akrylonitrylu o odczynie pH w zakresie 6,5–14,0 i stosunku molowym grup amidowych do karboksylowych wynoszącym od 1:1 do 1:4 wprowadza się przy ciągłym mieszaniu popiół z węglem brunatnym w ilości 10–200% wagowych w stosunku do masy polimeru, zawierający kompleks soli wapnia, magnezu, żelaza oraz mikroelementy jak miedź, mangan, kobalt czy wanad lub ekstrakt wodny popiołu z węglem brunatnym w ilości 0,1–30% wagowych suchej masy w stosunku do masy polimeru, przy czym masę reakcyjną ewentualnie zubożającą się wodnym roztworem kwasu, korzystnie siarkowego lub octowego o stężeniu 1–20% wagowych przed lub po wprowadzeniu popiołu lub ekstraktu popiołu z węglem brunatnym do uzyskania odczynu pH = 6,5–8,0, a następnie homogenizuje się w temperaturze 10–100°C, korzystnie 20–60°C do uzyskania jednolitej postaci.

PL 159474 B1

**SPOSÓB WYTWARZANIA MODYFIKOWANEGO PREPARATU
INKRUSTUJĄCEGO DO ZAPRAW NASIENNYCH**

Z a s t r z e ż e n i e p a t e n t o w e

Sposób wytwarzania modyfikowanego preparatu inkrustującego do zapraw nasiennych opartego na alkalicznie hydrolizowanym poliakrylonitrylu lub kopolimerze akrylonitrylu, znamienitym, że do wodnego roztworu hydrolizowanego poliakrylonitrylu lub kopolimeru akrylonitrylu o odczynie pH w zakresie 6,5-14,0 i stosunku molowym grup amidowych do karboksylowych wynoszącym od 1:1 do 1:4 wprowadza się przy ciągłym mieszaniu popiół z węglem brunatnym w ilości 10-200% wagowych w stosunku do masy polimeru, zawierający kompleks soli wapnia, magnezu, żelaza oraz mikroelementy jak miedź, mangan, kobalt czy wanad, lub ekstrakt wodny popiołu z węglem brunatnym w ilości 0,1-30% wagowych suchej masy w stosunku do masy polimeru, przy czym masę reakcyjną ewentualnie zubożającą się wodnym roztworem kwasu, korzystnie siarkowego lub octowego o stężeniu 1-20% wagowych przed lub po wprowadzeniu popiołu lub ekstraktu popiołu z węglem brunatnym do uzyskania odczynu pH = 6,5-8,0, a następnie homogenizuje się w temperaturze 10-100°C, korzystnie 20-60°C do uzyskania jednolitej postaci.

* * *

Przedmiotem wynalazku jest sposób wytwarzania modyfikowanego preparatu inkrustującego do zapraw nasiennych.

Z polskiego opisu patentowego nr 124 871 znany jest preparat inkrustujący typu Sacrust do zapraw nasiennych, będący mieszaniną szelsku i polietylenu rozpuszczoną w rozpaczalnikach organicznych takich jak niższe alkohole lub ketony. Preparat ten tworzy na nasionach odporną mechanicznie powłokę nierożpuszczalnego w wodzie polimeru przepuszczającego wilgoć.

Z polskich opisów patentowych nr nr 147 715 i 147 716 znane są preparaty inkrustujące, oparte na bazie octanu poliwinylowego z ewentualnymi dodatkami plastyczącymi. Preparaty tego typu rozpuszczalne w rozpaczalnikach organicznych, tworzą na nasionach błękit polimerową przyczepiącą skłudniki zaprawy nasiennej. Wykazują one jednak podstawowe wady związane ze stosowaniem rozpaczalników organicznych oraz występowaniem efektu fitotoksyczności w stosunku do nasion i roślin. Preparaty te wykazują brak lub też niską zdolność do biodegradacji.

Znany jest z polskiego opisu patentowego nr 144 192 sposób wytwarzanie modyfikowanej zaprawy nasiennej polegający na wprowadzeniu do znanej zaprawy chitozanu jako preparatu inkrustującego, korzystnie w postaci roztworu lub zawiesiny polimeru mikrokryształicznego.

Znany jest również z polskiego opisu patentowego nr 143 525 preparat inkrustujący w postaci rozpuszczalnych w wodzie polimerów winylowych zawierających grupy wodorotlenowe, karboksylowe, amidowe czy octanowe. Preparat ten tworzy na nasionach błękit polimerowe rozpuszczalne w wodzie bądź też, po sieciowaniu za pomocą np. formaldehydu, częściowo rozpuszczalne lub nierożpuszczalne w wodzie.

Z opisu polskiego zgłoszenia patentowego nr P.271 321 opublikowanego w BUP 20/89, oraz publikacji w czasopiśmie "Ochrona roślin" str.7 rok 1988, a także z materiałów XXVIII Sesji Naukowej TOR cz. I, str. 165, rok 1988, znane jest stosowanie do zapraw nasiennych preparatu inkrustującego będącego produktem alkalicznej hydrolizy poliakrylonitrylu, zwłaszcza w postaci odpadowych włókien z kopolimeru akrylonitrylu,

który wprowadza się do znanych zapraw nasiennych po odpędzeniu nadmiaru amoniaku i zubojętnieniu wodnym roztworem kwasu nieorganicznego. Preparat ten zawiera 1 - 50 g/l amoniaku, 3 - 10% wagowych polimeru przy stosunku grup amidowych do karboksylowych równym 1:1 - 1:2, i charakteryzuje się określona rozpuszczalnością tworzonej błony polimerowej dostosowaną tylko do określonych warunków glebowych i typu nasion, bez możliwości kontrolowanego przebiegu tego procesu dla różnych warunków kiełkowania nasion oraz zróżnicowanych warunków stoczenia.

Wymagania kontrolowanego rozpuszczania błony inkrustującej w glebie lub jej pęcznienia są niezwykle istotne dla efektywnego kiełkowania nasion i wzrostu roślin.

Sposób wytwarzania modyfikowanego preparatu inkrustującego do zapraw nasiennych według wynalezku polega na tym, że do wodnego roztworu hydrolyzowanego poliakrylonitrylu lub kopolimeru akrylonitrylu o odczynie pH w zakresie 6,5-14,0 i stosunku molowym grup amidowych do karboksylowych wynoszącym od 1:1 do 1:4 wprowadza się przy ciągłym mieszaniu popiół z węgle brunatnego w ilości 10-200% wagowych w stosunku do masy polimeru, zawierający kompleks soli wapnia, magnezu, żelaza oraz mikroelementy jak miedź, mangan, kobalt czy wanad, lub ekstrakt wody popiołu z węgle brunatnego w ilości 0,1-30% wagowych suchej masy w stosunku do masy polimeru a następnie otrzymany produkt homogenizuje się w temperaturze 10-100°C, korzystnie 20-60°C do uzyskania jednolitej postaci. Masa reakcyjną w przypadku wysokiej jej zasadowości, ewentualnie zubojętnia się wodnym roztworem kwasu, korzystnie siarkowego lub octowego o stężeniu 1-20% wagowych, przed lub po wprowadzeniu popiołu lub ekstraktu popiołu z węgle brunatnego, do uzyskania odczynu pH w zakresie 6,5-8,0. Proces zubojętnienia masy reakcyjnej w sposób według wynalezku wynika z konieczności uzyskania preparatu o odczynie pH nie oddziaływanym ujemnie na nasiona, tj. nie zmniejszającym ich siły i energii kiełkowania, ani też nie oddziaływanego fitotoksycznie na rośliny.

Sposobem według wynalezku otrzymuje się preparat inkrustujący, w którym grupy karboksylowe połączone są wiązaniem jonowym ze składnikami popiołu lub jego ekstraktu wodnego, a równocześnie mikroelementy zawarte w popiele lub ekstrakcie oprócz połączeń jonowych, mogą tworzyć układy chelatowe. Wytworzona połączenie w modyfikowanym preparacie inkrustującym powodują spowolnienie rozpuszczalności błony polimerowej, przy kontrolowanej szybkości tego procesu w zależności od ilości wprowadzonego popiołu lub ekstraktu, w porównaniu z szybkością rozpuszczania błony polimerowej otrzymywanej z nie modyfikowanego hydrolyzatu poliakrylonitrylu.

Czas rozpuszczania w środowisku wodnym błony polimerowej wytworzonej na powierzchni nasion jest jednym z podstawowych parametrów preparatów inkrustujących, bowiem nasiona poddawane działaniu zapraw nasiennych wprowadzane są wraz z preparatami inkrustującymi do gleby, w której kiełkują w wyniku działania wilgoci. Przebieg procesu rozpuszczania błony polimerowej ma również wpływ na jakość nasion w trakcie ich przechowywania.

Dla oceny rozpuszczalności w wodzie błon polimerowych wytworzonych z modyfikowanego preparatu inkrustującego wykorzystano metodę pomiaru siły elektromotorycznej SEM roztworów uzyskiwanych przez umieszczenie próbek błon polimerowych o masie 1,5 g w 50 cm³ wody destylowanej. Pomiaru SEM dokonywano za pomocą pH-metru w warunkach statycznych i dynamicznych w funkcji czasu. Dla błon wytworzonych z modyfikowanego preparatu inkrustującego otrzymanego sposobem według wynalezku czas rozpuszczania błon wynosił w warunkach statycznych 70-100 godzin, zaś w warunkach dynamicznych ponad 20 godzin, podczas gdy dla błon polimerowych otrzymywanych z niemodyfikowanego hydrolyzatu poliakrylonitrylu lub kopolimeru akrylonitrylu czas rozpuszczania odpowiednio wynosił 60 godzin i 10-15 godzin.

Modyfikowany preparat inkrustujący tworzy błony polimerowe o silnej adhezji do powierzchni nasion, przy równoczesnej przepuszczalności wilgoci i powietrza, a zawarte w błonie polimerowej składniki pokarmowe i mikroelementy wspomagają wzrost roślin, które wykiełkowały z inkrustowanych nasion.

Sposób według wynalezku, pozwala na zagospodarowanie znaczących ilości odpadowych wólkien czy tworzyw z poliekrylonitrylu lub kopolimeru akrylonitrylu oraz odpadowego popiołu z węgla brunatnego.

Modyfikowany preparat inkrustujący zwiększa efektywność działania zapraw nasiennych w rolnictwie przy jednoczesnym istotnym zmniejszaniu zagrożenia środowiska ekologicznego.

Sposób według wynalezku ilustrują bliżej podane przykłady wykonania nie ograniczając jego zakresu.

P r z y k l a d I. Do mieszalnika zaopatrzonego w mieszadło termometr i płytkę grzejną wprowadzono 100 części wagowych hydrolyzatu z wólkien z kopolimeru akrylonitrylu typu Anilana o odczynie pH = 13,6, masie właściwej 1,29 g/cm³, zawartości polimeru równej 25,1%, zawartości grup karboksylowych równej $1,67 \cdot 10^{-3}$ mol/g i amidowych $1,98 \cdot 10^{-3}$ mol/g oraz wprowadzono przy ciągłym mieszaniu 8,4 części wagowych popiołu z węgla brunatnego zawierającego 20% wagowych wapnia, 5% wagowych magnezu, 10% wagowych żelaza, 20 ppm miedzi, 2000 ppm manganu i 20 ppm molibdenu. Następnie w temperaturze 30°C zawiesinę homogenizowano w czasie 30 minut, po czym dodano 56 części objętościowych wodnego roztworu kwasu siarkowego o stężeniu 10% wagowych oraz 42 części objętościowych wody technologicznej i 12 części objętościowych wodnego roztworu kwasu octowego o stężeniu 10% wagowych. Zawartość mieszalnika homogenizowano w temperaturze 20°C przez dalszych 30 minut, po czym zawiesinę poddano filtracji na prasie filtracyjnej.

Otrzymano 155 części wagowych modyfikowanego preparatu inkrustującego w postaci lepkiej cieczy o szaro-niebieskiej barwie zawierającej 17,9% wagowych suchej masy, 7,65% wagowych polimeru, 0,46% wagowych azotu oraz $0,72 \cdot 10^{-3}$ mol/g grup karboksylowych. Otrzymany preparat charakteryzował się masą właściwą równą 1,2216 g/cm³, odczynem pH = 7,2 i lepkością równą 70 sek. Czas rozpuszczania błon polimerowych wytworzonych z modyfikowanego preparatu inkrustującego wynosił w warunkach statycznych 90–100 godzin, a w warunkach dynamicznych około 40 godzin.

P r z y k l a d II. Do mieszalnika jak w przykładzie I wprowadzono 100 części wagowych hydrolyzatu z wólkien z kopolimeru akrylonitrylu typu Anilana po procesie odpędzenia nadmiaru amoniaku w temperaturze 80°C i pod ciśnieniem 0,1 MPa, charakteryzującego się odczynem pH = 7,05, masą właściwą 1,2328 g/cm³, lepkością 60 sek i zawartością polimeru równą 17,7% wagowych oraz przy ciągłym mieszaniu wprowadzono także 20 części wagowych wodnego ekstraktu popiołu z węgla brunatnego o takim samym składzie jak w przykładzie I, masie właściwej 1,1031 g/cm³, odczynie pH = 12,5 i zawartości suchej masy równej 0,38% wagowych. Następnie zawartość mieszalnika homogenizowano przez 15 minut w temperaturze 20°C i wytworzony produkt poddano filtracji na filtrze siatkowym.

Otrzymano 119,5 części wagowych modyfikowanego preparatu inkrustującego w postaci lepkiej cieczy o barwie popielatej, zawierającego 14,4% wagowych suchej masy, 14,4% wagowych polimeru. Otrzymany preparat charakteryzował się masą właściwą 1,2010 g/cm³, odczynem pH = 7,7 i lepkością 39 sek. Czas rozpuszczania błon polimerowych z preparatu inkrustującego wynosił w warunkach statycznych 85 godzin, a w warunkach dynamicznych około 50 godzin.